

Transparent aqueous organopolysiloxane compositions

Patent Number: ☐ US4661551
Publication date: 1987-04-28
Inventor(s): WILHELM HERMANN (AT); IRETZBERGER PETRA (DE); MUEHLHOFER RUDOLF (DE);
MAYER HANS (DE); DEUBZER BERNWARD (DE)
Applicant(s): WACKER CHEMIE GMBH (DE)
Requested
Patent: ☒ JP61162553
Application
Number: US19850787841 19851016
Priority Number
(s): DE19843447636 19841228
IPC
Classification: C08K5/05
EC Classification: C04B24/42, C04B41/49B, C04B41/49B6D, C08G77/12, C08G77/26, C08K5/544, C08L83/08
Equivalents: ☐ DE3447636, ☐ EP0186847, A3, B1, JP1467087C, JP1749284C, JP4022945B,
☐ JP61162527, JP63016415B

Abstract

Transparent aqueous organopolysiloxane compositions comprising (A) a salt of a water-soluble organic or inorganic acid and a polysiloxane, which contains in addition to the other siloxane units siloxane units containing SiC-bonded monovalent radicals having basic nitrogen atoms in an amount of at least 0.5 percent by weight, based on the weight of the polysiloxane; and (B) an organic silicon compound having basic nitrogen atoms in an amount of from 0 to 0.5 percent by weight, based on the weight of the organic silicon compound; and when constituent (B) does not contain at least one organic silicon compound having a molecular weight greater than 600 g/mol in an amount of at least 0.1 part per part by weight of constituent (A), then an organic solvent (C) is present in an amount up to about 5 percent by weight based on the weight of constituent (A), in which the organic solvent is soluble in water up to about 1 part by weight per 100 parts by weight of water at 20 DEG C. and 1020 hPa (abs.) and is free of halogen atoms. The organopolysiloxanes may contain Si-bonded hydrogen as well as at least one SiC-bonded radical having a basic nitrogen atom in one and the same molecule.

Data supplied from the **esp@cenet** database - I2

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-162553

⑪ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和61年(1986)7月23日

C 08 L 83/08

7016-4J ※

審査請求 有 発明の数 1 (全9頁)

⑭ 発明の名称 水での希釈の際に透明な混合物を生ぜしめるポリシロキサン含有組成物

⑮ 特 願 昭60-293367

⑯ 出 願 昭60(1985)12月27日

優先権主張 ⑰ 1984年12月28日 ⑱ 西ドイツ(DE) ⑲ P3447636.9

⑳ 発 明 者 ハンス・マイヤー ドイツ連邦共和国ブルクハウゼン・フリードリツヒ・エーベルト・シュトラッセ 18

㉑ 出 願 人 ワツカー・ケミー・ゲゼルシャフト・ミツト・ベシユレンクテル・ハフツング
ドイツ連邦共和国ミュンヘン22・プリンツレーゲンテンストラーセ 22

㉒ 代 理 人 弁理士 矢野 敏雄 外1名
最終頁に続く

明 細 書

1 発明の名称

水での希釈の際に透明な混合物を生ぜしめる
ポリシロキサン含有組成物

2 特許請求の範囲

1. 主要成分として

(A) 水溶性の有機又は無機酸及びポリシロキサンの重量に対して塩基性窒素少なくとも0.5重量部の量で塩基性窒素を有する一価の、SiC-結合した基を有するシロキサン単位を他のシロキサン単位に付加的に含有するポリシロキサンの塩及び

(B) 有機珪素化合物の重量に対して0~0.5重量部の量で塩基性窒素を有する有機珪素化合物

を含有する、水での希釈の際に透明な混合物を生ぜしめるポリシロキサンを含有する組成物において、この組成物は水溶性の溶剤又はオクタノールを含有しないか、又はかかる溶剤又はオクタノールを成分(A)の重量に対し

て高々5重量部の量で含有することを特徴とする水での希釈の際に透明な混合物を生ぜしめるポリシロキサン含有組成物。

2. 少なくとも、成分(A)1重量部当たり成分(B)の少なくとも0.1部が分子量高々600g/モルを有する有機珪素化合物少なくとも1種類からならない場合には、付加的に成分(C)として、オクタノール以外の、20℃及び1020hPa(絶対)で水100重量部中に高々1重量部まで可溶性で、かつハロゲン原子を含まない有機溶剤を、含有する特許請求の範囲第1項記載の組成物。

3 発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本発明は水で希釈する際に透明な混合物を生ぜしめるポリシロキサンを含有する組成物に関する。

従来の技術

欧州特許機構公開公報(EP-OS)第0068671号明細書(1983年1月5日公開、ドウコ

ーニング リミッテッド (Dow Corning Limited) から、水で希釈の際に透明な混合物を生ぜしめるオルガノポリシロキサンを含有する組成物が公知である。この組成物は、水溶性の有機又は無機酸及びその他のシロキサン単位に付加的に、塩基性の窒素を有する SiC-結合基を有するようなシロキサン単位を含有するオルガノポリシロキサンの塩、かかる塩中に可溶性の珪素化合物、例えばメチルトリメトキシラン及び水溶性の溶剤を含有する。

発明が解決しようとする問題点

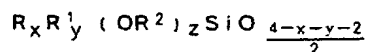
本発明の課題は、水で希釈の際に透明な混合物を生ぜしめるポリシロキサンを含有する組成物を製造することであり、この組成物は特に水で容易に希釈でき、かつ非希釈形並びに水での希釈形で特に安定である。この課題は本発明により説明される。

問題点を解決する手段

本発明の目的は、水で希釈の際に透明な混合物を生ぜしめるポリシロキサンを含有する組成

2400頁からは、オクタノールは非水溶性、又は極めて僅少の水溶性であることが公知である。従つて当業者は欧州特許機構公開公報 (EP-OS) の追試の際にこの刊行物で挙げられた、実際に水溶性の溶剤のみを使用する。従つてこの刊行物は本発明の目的を示唆することは出来なかつた。

ポリシロキサン (水溶性の有機又は無機酸とその反応により本発明による組成物の成分 (A) が得られる) は、殊に式:



[式中 R は同じか又は異なり、塩基性窒素を含有しない、一価の、SiC-結合した有機基又は水素原子を表わし、R¹ は、同様に同じか又は異なつていて良い塩基性の窒素を有する一価の、SiC-結合した基を表わし、R² は水素原子又は各基当り 1~4 個の炭素原子を有する同じか又は異なるアルキル基を表わし、x は 0, 1, 2 又は 3、平均して 0~2、殊に 0~1.8 であり、

物であり、この組成物は主要成分として、

- (A) 水溶性の有機又は無機酸及びポリシロキサンの重量に対して塩基性窒素少なくとも 0.5 重量部の量で塩基性窒素を有する一価の SiC-結合した基を有するシロキサン単位を他のシロキサン単位に付加的に含有するポリシロキサンの塩、及び
- (B) 有機珪素化合物の重量に対して 0~0.5 重量部の量で塩基性窒素を有する有機珪素化合物

を含有し、この組成物は、水溶性の溶剤又はオクタノールを含有しないか又はかかる溶剤又はオクタノールを、成分 (A) の重量に対して高々 5 重量部の量で含有することを特徴とする。

欧州特許機構公開公報 (EP-OS) 第 0068671 号明細書に、水溶性の溶剤の例としてオクタノールが実際に挙げられている。しかしながら、例えばノイミュラー (O.A. Neumüller)* レムプス ケミー-レキシコン (Rompps Chemie-Lexikon)* シュツツガルト、1974 年、第

y は 0 又は 1、平均して 0.1~0.6、殊に 0.15~0.30 であり、かつ z は 0, 1, 2 又は 3、平均して 0~0.8、殊に 0.01~0.6 であり、x, y 及び z のそのつどの平均値の総計は高々 3.4 である] の単位よりなるものである。

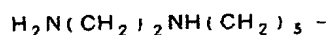
本発明による組成物の最終使用の際又は後の水による成分 (A) の網状化又は再乳化性の防止が所望の場合には、例として、例えば建築資材のための疎水性化剤の成分としての本発明による組成物の使用の際に、z は平均して少なくとも 0.1 でなければならない。しかし、本発明による、組成物の最終使用の際もしくは後の水による成分 (A) の網状化又は再乳化性の防止が所望でない又は必要でない場合には、例えば合成皮革又は天然皮革の光沢-及び手ざわり改良剤の成分としての使用の際と同様に、z は 0 の値を有することが有利である。

塩基性窒素を含有しない、SiC-結合した有機基 R の例は、特に各基当り 1~20 個の炭素原子を有する炭化水素基、例えばアルキル基、

例えばメチル-、エチル-、*n*-プロピル-及びイソプロピル基、並びにオクチル-及びテトラデシル基；少なくとも1個の二重結合を有する脂肪族炭化水素基、例えばビニル-及びアリル基並びにブタジエニル基；環状脂肪族炭化水素基、例えばシクロペンチル-及びシクロヘキシル基並びにメチルシクロヘキシル基；芳香族炭化水素基、例えばフェニル基及びナフチル基；アルカリール基、例えばトリル基；及びアルキル基、例えばベンジル基である。メチル基が有利である。フェニル基も同様に有利である。殊に、各塩素原子（これに1個の水素原子が結合して、すなわちそこではRは水素原子を表わす）に、1個の炭化水素基、特に1個のメチル基も結合している。

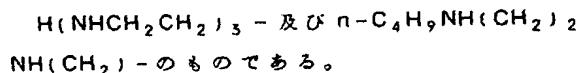
1個の同じ分子中でSi-結合した水素原子並びに少なくとも1個の、塩基性窒素を有するSiC-結合した基も有するオルガノポリシロキサンは新規であり、従つて同様に本発明の目的物でもある。

塩基性の窒素を有する一価の、SiC-結合した基としては、式：



の基が特に有利である。

塩基性窒素を有するSiC-結合した基のその他の例は、式：



アルキル基R²の例は特にメチル-、エチル-及びイソプロピル基である。

塩基性の窒素を有する一価の、SiC-結合した基を有するシロキサン単位を、他のシロキサン単位に付加的に含有するポリシロキサンは、公知方法で、例えばガンマーアミノエチルアミノプロピルトリメトキシシラン又はガンマーアミノエチルアミノプロピルメチルジメトキシシラン又はかかるシランと塩基性の窒素を含有しない有機ポリシロキサンとの混合物の平衡化も

塩基性窒素を有する一価の、SiC-結合した基として、すなわち基R¹としては、式：



〔式中R³は水素原子又は同じか、又は異なるアルキル-又はアミノアルキル基を表わし、かつR⁴は1個の二価の炭化水素基を表わす〕のものが有利である。

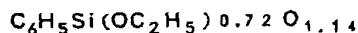
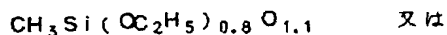
アルキル基Rの例には、アルキル基R³もそつくりあてはまる。しかしながら、式：



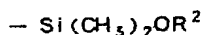
の基における各窒素原子に少なくとも1個の水素原子が結合しているのが有利である。

二価の炭化水素基R⁴の例は、メチレン-及びエチレン基並びにプロピレン-、ブチレン-、シクロヘキシレン-、オクタデシレン-、フェニレン-及びプテニレン基である。特に容易に入手しやすいために、*n*-プロピレン基が有利である。

しくは縮合により製造することができる。その際使用されるポリシロキサンは少なくとも分子量350 g/molを有するのが有利である。このポリシロキサンは例えば次のものである：モノオルガノポリシロキサン、例えばモノアルキル-モノアリアルポリシロキサン、例えば実験式：



のもの、イソオクチルトリクロルシランの加水分解物、フェニルトリクロルシラン及び*n*-プロピルトリクロルシランの共加水分解物、モノメチルシロキサン-及びモノイソオクチルシロキサン単位より成るメトキシ基を有する共重合体、トリメチルシロキシ基により末端遮断されたジメチルポリシロキサン、末端位単位に各々1個のSi-結合ヒドロキシル基を有するジメチルポリシロキサン、末端単位としての式：



〔式中R²は前記のものである〕のものを有するジメチルポリシロキサン、ポリエチルシリケ-

ート、メチル水素ポリシロキサン及び例えばジメチルシロキサンー及びメチル水素シロキサンー及び／又はモノメチルシロキサン単位よりなる共重合体。

一個の同じ分子中にSi-結合した水素原子少なくとも1個の、塩基性の窒素を有するSiC-結合した基とを有する本発明によるオルガノポリシロキサンは、トリメチルシロキサン基により末端遮断されたメチル水素ポリシロキサンをガンマーアミノエチルアミノプロピルトリメトキシシランでの平衡化により得られるものが有利である。

本発明による組成物の成分(A)の製造のために使用される水溶性の有機又は無機酸は、従来同様に水溶性の有機又は無機酸と塩基性の窒素を有するSiC-結合した基を有するポリシロキサンとの塩の製造のために使用され得るのと同じのものであつて良い。この種の酸の例は、塩酸、硫酸、酢酸、プロピオン酸及びジエチル水素ホスフェートである。酢酸及びプロピオン酸

る窒素である。

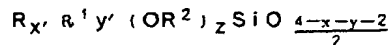
有機珪素化合物の重量に対して0~0.5重量%の量の塩基性窒素を有する有機珪素化合物(B)の例は、テトラアルコキシシラン、例えばテトラエチルシリケート、オルガノアルコキシシランもしくはオルガノアルコキシアルキレンオキシシラン、例えばジメチルジメトキシシラン、メチルトリメトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、n-オクチルトリメトキシシラン、イソオクチルトリメトキシシラン、2-エチルヘキシルトリメトキシシラン、メチルトリス-(メトキシエチレンオキシ)-シラン、ジメチルジエトキシシラン及びn-オクタデシルトリメトキシシラン、1分子中に2~10個のシロキサン単位を有するシロキサン、例えばヘキサメチルジシロキサン、1,1,3,3-テトラメトキシ-1,3-ジメチルジシロキサン及び1,1,3,3-テトラメチル-1,3-ジビニルジシロキサン、塩基性窒素不含のポリシロキサンの前記の全

が有利である。

本発明による組成物の製造のために成分(A)として使用され得る化合物はすでに公知である。これについては、すでに最初に挙げた欧州特許機構公開公報(EP-OS)第0068671号明細書の他に、例えば米国特許第3890269号明細書[1975年6月17日公布、マーチン(E.R.Martin)、スタウファ-ケミカルカンパニー(Stauffer Chemical Company)、米国特許第3355424号明細書[ブラウン(L.Brown)、ダウコーニングコーポレーション(Dow Corning Corporation)]及び米国特許第4247330号明細書[1981年1月27日公布、サンダース・Jr.(A.J.Sanders, Jr.)、SWSシリコンズコーポレーション(SWS Silicones Corporation)]に参照される。

本明細書中及び少なくとも1つの特許請求の範囲に量表示と関連して使用されている「塩基性の窒素原子」という用語は、元素として計算され

例、及び式：



[式中R, R¹, R²及びzはそのつど前記のものであり、x'は0, 1, 2又は3、平均して0~2であり、かつy'は0又は1、平均して0.01~それぞれシロキサンの重量に対して、塩基性窒素高々0.5重量%の量に相応する値である]のシロキサンである。

本発明による組成物は成分(B)を成分(A)1重量部当たり0.1~7重量部、特に1.2~4重量部の量で含有するのが有利である。

成分(A)1重量部当たり少なくとも0.1重量部の成分(B)が、分子量高々600g/モル、殊に高々500g/モルを有する有機珪素化合物少なくとも1種からならない場合は、本発明による組成物は成分(A)及び(B)に付加的にオクタノール以外の20℃及び1020hPa(絶対)で水100重量部中高々1重量部が溶解しかつハロゲン原子のない有機溶剤を、成分(C)とし

て含有しなければならない。この種の溶剤としては、カルボン酸エステル、例えば酢酸エチル及び α -酢酸ブチル並びに芳香族炭化水素、例えばトリオール及びキシロールが有利である。この種の溶剤のその他の例は、1分子当り4～18個の炭素原子を有する脂肪族アルコール（オクタノールを除く）、例えば α -ブタノール、アミルアルコール、 α -ヘキサノール及び α -ヘプタノールである。

本発明による組成物の製造の際には、成分(C)は成分(A)1重量部当り0.1～2.0重量部、特に0.2～1.0重量部の量で使用するのが有利である。

本発明による組成物は、塩基性窒素を有する一価のSiC-結合した基を、ポリシロキサン^のの重量に対して塩基性窒素少なくとも0.5重量%の量で有するシロキサン単位を他のシロキサン単位に付加的に含有するポリシロキサンに、成分(A)の生成のための水溶性有機又は無機酸及び成分(B)を、並びに必要な場合には成分(C)

ニル又は酢酸ビニルの重合の際の分散剤又は添加物として及び電気泳動的電気浸漬ラッカー塗装で使用されるラッカーを包含する、水で希釈可能なラッカー中の流展改良剤として、並びに水で希釈された形の有機珪素化合物を使用することのできるその他の全ての用途のために好適である。

塩基性窒素を有するオルガノポリシロキサンの製造及び次の実施例の記載で、他にことわりのない限り、「パーセント」及び「部」は全ての記載は「重量%」及び「重量部」である。

a) 攪拌器、滴下ロート及び還流冷却器を備えた1ℓ-三頸フラスコ中で、攪拌下に、トルオール250g中の平均分子量1500g/mol及びSi-結合したヒドロキシル基5.4～7.4%を有するフェニルトリクロルシラン及び α -プロピルトリクロルシランのモル比2:1の共加水分解物250g及びメタノール2g中のKOH 0.1gよりなる100℃に加熱した混合物に、N-(2-アミノエチル)-

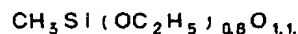
と共に、透明な溶液が生成するまで混合することにより製造される。この混合の際に70℃～100℃に加熱するのが有利である。

本発明による組成物もしくは本発明による組成物を水で希釈することにより得られる混合物は、すでに最初に記載した合成皮革又は天然皮革の光沢-又は手ざわり改良のためばかりでなく、例えば気泡コンクリート(Gasbeton)中又は上の防水化剤として、石膏、硬膏及び水で希釈可能な塗料のための、これらの物質の防水化のための添加物として、一般的に建物の外面、道路及び橋を含む建築資材の防水化剤として、かつ、立ちのぼる蒸湿気の防止のために壁中への穴を通して導入される薬剤として、又はその他の不所望な水移動の防止剤として、細分無機物質、例えばパーライト、バーミキュライト又は填料の透液剤として、金属、織物、皮革又は紙の防水化剤として、研磨用の添加物として、熱-防壁物質の防水化剤として、脂肪族炭素-炭素-二重結合を含有する単量体、例えば塩化ビ

3-アミノ-プロピルトリメトキシシラン

103.5gを1時間かかつて滴加する。引続き攪拌下に、還流下で6.5時間煮沸加熱し、次いで30℃に冷却した後、10%の塩酸1.17mlをフラスコ中に加える。フラスコ内容物172gの溜去後に、トルオール172gをフラスコ中に加え、そうして得られた溶液を濾過する。そうして得られたオルガノポリシロキサンは、その重量に対して塩基性窒素3.7%を含有する。

b) a)に記載した装置中で、メタノール4g中のKOH 0.2g及び平均分子量約600g/mol及び粘度約20mm²・s⁻¹を有する実験式：



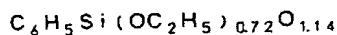
のオルガノポリシロキサン500gよりなる混合物に、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルトリメトキシシラン150gを攪拌下に加え、そうして得られた混合物を6時間還流下で煮沸加熱する；次いで30℃

に冷却し、10gの塩酸2.5mlを加える。

140℃にまで加熱することにより最終にメタノールを溜去し、そうして得られたオルガノポリシロキサンから逕過によりKClを除去する。オルガノポリシロキサンはその重量に対して塩基性窒素2.9gを含有する。

c) すでにb)で記載した作業方法を次の様に変更して繰り返す、すなわち、末端単位にそれぞれ1個のSi-結合したヒドロキシ基を有し、平均分子量約4000g/モルを有するジメチルポリシロキサン500gをモノメチルポリシロキサンの代りに使用する。そうして得られたオルガノポリシロキサンはその重量に対して塩基性窒素2.9gを含有する。

d) b)で前記した作業方法を次の様に変更して繰り返す、すなわち、平均分子量約3000g/モル及び25℃で粘度約25000mm²・s⁻¹を有する実験式：



のオルガノポリシロキサン500gを、モノ

g) 25℃で粘度約20mm²・s⁻¹を有するトリメチルシロキシ基により末端遮断されたメチル水素ポリシロキサン399g及びN-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルトリメトキシシラン165gよりなる混合物を、6時間還流下に煮沸加熱する。そうして得られるオルガノポリシロキサンはその重量に対して窒素3.7gを含有する。

h) a)で記載した装置中で、メタノール4g中のKOH0.2g及び平均分子量約450g/モル及び粘度4mm²・s⁻¹を有するポリエチレンシリケート500gよりなる混合物に、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルトリメトキシシラン150gを攪拌下に加える。そうして得られた混合物を6時間100℃に加熱する。次いで30℃に冷却し、10gの塩酸2.5mlを加える。130℃にまで加熱することにより、フラスコ内容物1.06gが溜去され、そうして得られるポリシロキサンを逕過することによりKClが除去される。ポ

リシロキサンの代りに使用する。そうして得られたオルガノポリシロキサンはその重量に対して塩基性窒素2.9gを含有する。

e) b)で記載した作業方法を次の様に變更して繰り返す、すなわち、トルオール250g中の、平均分子量約2000g/モルを有するイソオクチルトリクロルシランの加水分解物250gを、モノメチルポリシロキサンの代りに使用する。そうして得られたポリシロキサンはその重量に対して塩基性窒素1.4gを含有する。

f) b)で記載した作業方法を次の様に變更して繰り返す、すなわち、平均分子量約400g/モルを有する、モノメチルシロキサン単位75モル及びモノイソオクチルシロキサン単位25モルよりなるメトキシ基を有する共重合体500gを、モノメチルポリシロキサンの代りに使用する。そうして得られるオルガノポリシロキサンはその重量に対して塩基性窒素2.9gを含有する。

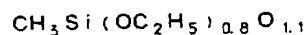
リシロキサンはその重量に対して塩基性窒素3.7gを含有する。

i) a)で記載した装置中で、メタノール8g中のKOH0.4g及び25℃で粘度350mm²・s⁻¹を有するトリメチルシロキシ基により末端位遮断されたジメチルポリシロキサン600gよりなる混合物に、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルメチルジメトキシシラン200gを攪拌下に加える。そうして得られる混合物を1.5時間140℃に加熱する。次いで30℃に冷却し、10gの塩酸5mlを混合する。140℃にまで加熱することにより最終的にフラスコ内容物10gが溜去され、そうして得られるオルガノポリシロキサンを逕過することによりKClが除去される。そうして得られるオルガノポリシロキサンはその重量に対して塩基性窒素3.5gを含有する。

実施例

例 1

塩基性窒素を有するオルガノポリシロキサン
(その製造はc)に記載)40gに、氷酢酸5g、
実験式:



及び平均分子量600g/モルのオルガノポリ
シロキサン80g及び酢酸-n-ブチルエステ
ル10gを混合し、90℃に加熱し、その際澄
明な混合物が生成する。この混合物1部に水
500部を混合する。そうして得られる透明な
混合物に、パーライトを、塗布可能なペースト
状物の生成に十分な量で、混合する。乾燥後、
パーライトは24時間以内で水と混合して室温
でその重量に対して水13%吸収するにすぎず、
一方同じ水貯蔵で未処理のパーライトはその重
量に対して水400%を吸収する。

比較実験A

例1に記載した作業方法を、エチレングリコ
ール10gを酢酸ブチルの代りに使用すること
を変更して繰り返す。混合物は90℃に加熱の
際にゲル化する。

n-オクタデシルトリメトキシシラン もしくは
ビニルトリメトキシシラン もしくは
ヘキサメチルジシロキサン もしくは
1, 1, 3, 3-テトラメトキシ-
1, 3-ジメチルジシロキサン もしくは
1, 1, 3, 3-テトラメチル-
1, 3-ジビニルジシロキサン 10g
を使用する。

そのつどパーライトの処理の際の結果を含め
て同様の結果が得られる。

例 3

塩基性窒素を有するオルガノポリシロキサン
(その製造はa)に記載)40gに、氷酢酸20
g、トルオール20g及び粘度約20mm²・
s⁻¹を有するトリメチルシロキシ基により末端
位遮断されたメチル水素ポリシロキサン20g
を混合し、20分間振盪し、その際透明な溶液
が生成する。この混合物1部に水199部を混
合し、その際透明な混合物が生成し、これは石
膏用の調合水(Anmachwasser)として使用され

比較実験B

例1に記載した作業方法を、グリセリン10g
を酢酸ブチルの代りに使用することを変更して
繰り返す。混合物は90℃に加熱する際にゲル
化する。

比較実験C

例1に記載した作業方法を、メタノール10g
を酢酸ブチルの代りに使用することを変更して
繰り返す。混合物は20時間90℃に加熱した
後もお澄明ではない。水での希釈の際に乳状
の混合物が得られ、その相は急速に分離する。

例 2

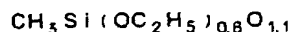
例1に記載した作業方法を次のように変更し
て繰り返す、すなわち、酢酸ブチル10gの代
りに、

ジメチルジメトキシシラン	もしくは
ジメチルジエトキシシラン	もしくは
フェニルトリメトキシシラン	もしくは
イソオクチルトリメトキシシラン	もしくは
n-オクチルトリメトキシシラン	もしくは

る。こうして得られる硬化石膏よりなる試験材
料を室温で水下で2時間貯蔵した後に、石膏は
その重量に対して10%よりも少ない水を吸収
した。

例 4

塩基性窒素を有するオルガノポリシロキサン
(その製造はb)に記載した)100gに、氷酢
酸50g、酢酸-n-ブチルエステル25g及
び実験式:



及び分子量600g/モルを有するオルガノポリ
シロキサン100gを混合し、9時間90℃
に加熱し、その際透明な溶液が生成する。この
混合物1部を水500部で希釈し、例1に記載し
たように、パーライトの防止化のために使用す
る。例1におけるのと同様の結果が得られる。

例 5

塩基性窒素を有するオルガノポリシロキサン
(その製造はc)に記載)40gに、氷酢酸5g、
ジメチルジメトキシシラン10g及び例4に詳

しく記載した分子量600g/molを有するオルガノポリシロキサン80gを混合し、4.75時間90℃に加熱し、その際透明な溶液が生成する。この混合物3.5部に、市販の水性石灰塗料(Kalkfarbe)96.5部を添加する。この石灰塗料よりなる塗装の乾燥後、この塗装上の水滴は、それが塗装中に浸透する前に蒸発する。

石灰塗料を市販の珪酸塗料(Silikatfarbe)にかえた場合、同様な結果が得られる。

例 6

d)にその製造が記載された塩基性窒素を有するオルガノポリシロキサン100gに、フェニルトリメトキシシラン50g及び例4に詳しく記載した分子量600g/molを有するオルガノポリシロキサン100gを混合し、10時間90℃に加熱し、その際透明な溶液が生成する。この混合物3.5部に水96.5部を添加し、その際透明な混合物が生成し、これを市販の硬膏のための調合水として使用する。この硬膏又はしつこいから得られる試験材料を室温で水下に2

メトキシシラン80gを混合し、3時間90℃に加熱し、その際透明な溶液が生成する。この混合物1部を水5部で希釈し、それにより透明な混合物が得られる。この混合物を2gの量で気泡コンクリートの製造に使用するその他の成分にその成形前に混入する。硬化後に高程度の防水性を有する気泡コンクリートが得られる。

例 9

g)でその製造を記載した塩基性窒素を有するオルガノポリシロキサン20gに氷酢酸10g、n-ヘキサノール10g及び25℃で粘度 $20\text{ mm}^2\cdot\text{s}^{-1}$ を有するトリメチルシロキシ基により末端位遮断されたメチル水系ポリシロキサン40gを混合し、その際室温で20分間以内に透明な溶液が得られる。この溶液5部を水95部で希釈し、それにより透明な混合物が得られ、この中に市販の戸紙を浸漬する。戸紙を18時間70℃で乾燥した後、水を噴霧した際に、未処理の戸紙の手ざわり及び取り扱いに相違しない紙の硬さは認められない。

時間貯蔵した後に、この材料はその重量に対して水1.5gしか取り込まず、一方この添加物なしのしつこいとは同じ水貯蔵の際にその重量に対して1.4gを取り込んだ。

例 7

e)にその製造が記載された塩基性窒素を有するオルガノポリシロキサン200gに、氷酢酸100g、n-ヘキサノール20g及びイソオクチルトリメトキシシラン100gを混合し、3時間90℃に加熱すると、透明な溶液が生じる。この混合物1部を水9部で希釈し、その際透明な混合物が生じるから、これを穴を通してレンガ壁中に24時間かかつて、吸込まれた液体をそのつど再充填させながら、装入する。それにより壁中で増加する水に対する防止が達成される。

例 8

f)にその製造を記載した塩基性窒素を有するオルガノポリシロキサン40gに、氷酢酸5g、アミルアルコール20g及びイソオクチルトリ

例 10

b)にその製造を記載した塩基性窒素含有のオルガノポリシロキサン40gに、氷酢酸20g、アミルアルコール20g及び例4で詳しく記載した分子量600g/molを有するオルガノポリシロキサン120gを混合し、3時間90℃に加熱し、その際透明な溶液が生成する。この混合物1部を水9部で希釈し、その際透明な混合物が生じ、これを陰極電気浸漬ラッカー塗布に常用の電気泳動槽中に注入する。陰極で薄鉄板に55Vの電圧で3分間以内に厚さ約150マイクロメートルの膜を被覆し、それは1時間150℃に加熱後に顕著な防水性を示す。

代理人 弁理士 矢野 敏 雄



第 1 頁の続き

⑤ Int. Cl. ⁴		識別記号	庁内整理番号
// C 04 B	41/49	1 0 4	7412-4G
C 09 D	7/12		6847-4J
C 09 K	3/18		7229-4H
D 06 M	15/643		6768-4L
⑦発明者	ベルンヴァルト・ドイ ブツアー		ドイツ連邦共和国ブルクハウゼン・フィルヒヨヴシュトラ ーセ 14
⑦発明者	ペトラ・イレツベルガ ー		ドイツ連邦共和国ジムバツハ・オーベルツアウン 21・ 1 - 2
⑦発明者	ルドルフ・ミュールホ ーフアー		ドイツ連邦共和国ブルクハウゼン・メーリンガー・シュト ラーセ 57
⑦発明者	ヘルマン・ヴァイルヘル ム		オーストリア国ブラウンアオ・ズユートチロラー・シュト ラーセ 22